

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07242842 A**

(43) Date of publication of application: **19 . 09 . 95**

(51) Int. Cl.

C09D 5/24
C09D183/02
H01B 5/14
H01B 13/00
H01J 29/88

(21) Application number: **06034751**

(22) Date of filing: **04 . 03 . 94**

(71) Applicant: **MITSUBISHI MATERIALS CORP**

(72) Inventor: **OTA YUJI**
HAYASHI TOSHIHARU
NISHIHARA AKIRA

(54) **COMPOSITION FOR FORMING TRANSPARENT ELECTRICALLY-CONDUCTIVE FILM AND TRANSPARENT ELECTRICALLY-CONDUCTIVE FILM**

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject composition useful as an antistatic film, having excellent transparency, electrical conductivity, etc., by adding a metallic coupling agent containing a specific group to a dispersion having dispersed a tin-doped indium oxide powder (ITO powder) as electrically-conductive powder.

CONSTITUTION: This composition comprises (A) ITO powder having $\leq 0.2\mu\text{m}$, preferably $\leq 0.1\mu\text{m}$ average

primary particle diameter [preferably the one having 0.01-0.15 atomic ratio of Sn/(Sn+In) and $\leq 100\Omega\cdot\text{cm}$ powder specific resistance] as electrically-conductive powder under 50kg/cm^2 , (B) a metal alkoxide and/or its partial hydrolyzate (preferably silicon alkoxide, especially ethyl silicate) as a binder and (C) a metallic coupling agent containing a phosphate group, phosphite group or their ester groups as a binder in a solvent. The composition is applied to a transparent base and the coating film is dried at $<200^\circ\text{C}$ to give a transparent electrically-conductive film having $\leq 1 \times 10^5 \Omega/\text{square}$ surface resistance value.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-242842

(43)公開日 平成7年(1995)9月19日

| (51)Int.Cl. ⁸ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|-------|--------|-----|--------|
| C 0 9 D 5/24 | P Q W | | | |
| 183/02 | P M N | | | |
| H 0 1 B 5/14 | | A | | |
| 13/00 | 5 0 3 | C | | |
| H 0 1 J 29/88 | | | | |

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 6 頁)

| | | | |
|----------|----------------|---------|--|
| (21)出願番号 | 特願平6-34751 | (71)出願人 | 000006264 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番1号 |
| (22)出願日 | 平成6年(1994)3月4日 | (72)発明者 | 太田 裕士 埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱 マテリアル株式会社中央研究所内 |
| | | (72)発明者 | 林 年治 埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱 マテリアル株式会社中央研究所内 |
| | | (72)発明者 | 西原 明 埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱 マテリアル株式会社中央研究所内 |
| | | (74)代理人 | 弁理士 広瀬 章一 |

(54)【発明の名称】 透明導電膜形成用組成物および透明導電膜

(57)【要約】

【構成】 錫ドープ酸化インジウム (ITO) 粉末；結合剤としてSi、Ti、ZrまたはAlの低級アルコキシド（例、エチルシリケート）；結合助剤としてリン酸基、亜リン酸基またはこれらのエステル基を含有するチタネート系またはアルミニウム系カップリング剤（例、ビス（ジオクチルパイロホスフェート）オキシアセテートチタネート）；および溶媒（例、アルコールおよび／または水）からなる透明導電膜形成用組成物。

【効果】 この組成物を透明基板に塗布し、200℃未満で乾燥すると、透明性が高く、表面抵抗値が $1 \times 10^5 \Omega$ / □以下の導電性に優れた透明導電膜が得られる。さらに200～400℃で焼成すると、表面抵抗値は $1 \times 10^4 \Omega$ / □以下まで一層低下する。帯電防止膜、電極・回路形成用に有用。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 導電粉として平均一次粒子径 $0.2\ \mu\text{m}$ 以下の錫ドーブ酸化インジウム粉末、結合剤として金属アルコキシドおよび／もしくはその部分加水分解物、ならびに結合助剤としてリン酸基、亜リン酸基またはそれらのエステル基を有する金属系カップリング剤を溶媒中に含有する、透明導電膜形成用組成物。

【請求項 2】 請求項 1 記載の透明導電膜形成用組成物を透明基板上に塗布し、塗膜を $200\ ^\circ\text{C}$ 未満の温度で乾燥させることからなる、表面抵抗値が $1 \times 10^5\ \Omega/\square$ 以下の透明導電膜の形成方法。

【請求項 3】 請求項 1 記載の透明導電膜形成用組成物を透明基板上に塗布し、塗膜を $200\ ^\circ\text{C}$ 未満の温度で乾燥させた後、 $200\sim 900\ ^\circ\text{C}$ の温度で焼成することからなる、表面抵抗値が $1 \times 10^4\ \Omega/\square$ 以下の透明導電膜の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、透明性と導電性に優れた透明導電膜を形成できる組成物と、この組成物を用いた透明導電膜の形成方法とに関する。より詳しくは、本発明は錫ドーブ酸化インジウム（以下、ITOという）の粉末を導電粉として用いた透明導電膜形成用組成物と透明導電膜の形成方法に関する。

【0002】本発明の組成物から形成された透明導電膜は、各種半導体デバイスの包装材料、クリーンルーム内包装材料、ブラウン管、電子機器などの帯電防止膜として好適である。また、この透明導電膜は、従来品に比べて低抵抗であるため、透明電極、回路等としても利用できる。

【0003】

【従来の技術】透明導電膜形成用の導電材料としては、酸化錫、酸化亜鉛、酸化インジウムなどの金属酸化物が従来より利用されてきた。中でも、酸化インジウムに少量の酸化錫をドーブした混合酸化物からなるITOは、導電性と透明性いずれも良好であることが知られている。

【0004】ITOを用いた透明導電膜の形成方法は、基板上に真空蒸着、スパッタリング、イオンプレーティングなどの手法でITOを付着させる気相法と、サブミクロンの微細なITO粉末を結合剤（例、金属アルコキシド又は炭素系有機樹脂）を含有する溶液中に分散させて塗料化した分散液を使用して、塗布、印刷などの手法で基板に適用する塗工法とに大別される。

【0005】従来は気相法が広く用いられてきたが、得られる透明導電膜の面積に制約があり、大面積化が困難である上、設備費が高価であり、生産性も悪い。また、成膜時の付着効率が低く、ITOの有効利用率が $40\sim 50\%$ と非常に低い。しかも、成膜後にエッチング法により回路を描く場合には、基板に付着したITOの大半が取り除かれるため、さらに材料の無駄が多くなるという短

所があった。

【0006】一方、塗工法は、スクリーン印刷などの手法により回路を直接描けるので、施工が簡便で、材料の無駄がないため、低コストで導電膜が得られ、生産性も高い。しかし、塗工法で形成された膜は、ITO粉末が結合剤で結合された構造の膜となることから、気相法で得られたITO単味からなる膜に比べて、一般に導電性が劣る。

【0007】塗工法における結合剤としては、耐熱性と硬度の良好な透明導電膜を与えることから、有機樹脂よりも金属アルコキシドが多く用いられる。しかし、金属アルコキシドを用いて塗料化すると、ITO粉末の分散性が低くなる上、塗布後の乾燥、焼成の際に粉末の凝集が起こり易く、得られた膜の透明性と導電性が低くなる欠点があった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】そのため、ITO粉末を用いて塗工法で形成される透明導電膜について、透明性を改善し、同時に導電性その他の特性も気相法で得られる膜に近づくように改善することが求められている。

【0009】一般に、粉末の分散性を向上させるために、界面活性剤やカップリング剤を分散液に添加するか、或いは分散液の調製前にこれらで粉末を表面処理することが知られている。しかし、粉末が導電粉の場合、こうして分散性を向上させると、一方では粉末が結合剤で完全に覆われるようになるので、得られた膜において粉末同士の接触がなくなり、膜の導電性の低下につながる。そのため、膜の導電性と透明性を両立させることは困難であった。

【0010】ITO粉末にカップリング剤を適用した例として、特開平 1-261469号公報に、シランカップリング剤で表面処理された導電性微粒子（例、ITO粉末）とビヒクル（例、アルコキシシラン）とを主成分とする、表面硬度に優れた透明導電膜が提案されている。シランカップリング剤でITO粉末を予め表面処理しておくことで、ビヒクル（結合剤）への粉末の分散性が向上し、硬度が高くなると説明されている。しかし、上記公報における実施例と対応する比較例との比較から明らかに、シランカップリング剤でITO粉末を表面処理しても、硬度は高くなるものの、透明性は無処理の場合とほとんど変わらず、導電性はやや低下傾向を示す。

【0011】本発明の目的は、透明性と導電性のいずれもが改善された透明導電膜をITO粉末を用いて塗工法により形成する方法と、この形成方法に用いる透明導電膜形成用組成物とを提供することである。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、上記目的が、ITO粉末を分散させた分散液中にリン酸基、亜リン酸基またはそれらのエステル基を有する金属系カップリング剤を添加することにより達成される。

3

【0013】ここに、本発明の要旨とするところは、導電粉としてITO粉末、結合剤として金属アルコキシドおよび／もしくはその部分加水分解物、ならびに結合助剤としてリン酸基、亜リン酸基またはそれらのエステル基を有する金属系カップリング剤を溶媒中に含有する、透明導電膜形成用組成物である。

【0014】この透明導電膜形成用組成物を透明基板上に塗布し、塗膜を200℃未満の温度で乾燥させることにより、表面抵抗値が $1 \times 10^5 \Omega/\square$ 以下の透明導電膜を形成することができる。また、上記の透明導電膜形成用組成物を透明基板上に塗布し、塗膜を200℃未満の温度で乾燥させた後、200～900℃の温度で焼成することにより、表面抵抗値が $1 \times 10^4 \Omega/\square$ 以下の透明導電膜を形成することができる。

【0015】

【作用】以下、本発明の構成をその作用とともに詳しく説明する。

【0016】本発明で使用するITO粉末は、 $\text{Sn}/(\text{Sn}+\text{In})$ の原子比が0.01～0.15の範囲内で、50 kg/cm² 圧粉体での粉末比抵抗が100 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以下のものが好ましい。この原子比が0.01未満または0.15超では粉末比抵抗が高くなり、高導電性が得られにくい。また、50 kg/cm² 圧粉体での粉末比抵抗が100 $\Omega \cdot \text{cm}$ 超となった場合にも、透明導電膜とした際の表面抵抗値が高くなり、高導電性が得られにくくなる。

【0017】ITO粉末の平均一次粒子径は0.2 μm 以下、好ましくは0.1 μm 以下とする。この粒子径が0.2 μm を越えると、可視光による散乱の影響が大きくなり、得られる透明導電膜の透明性が低下する。

【0018】上述したITO粉末は、例えば、InとSnの各塩化物を溶解した水溶液とアルカリ水溶液とを反応させてIn-Sn共沈水酸化物を得、これを350～1000℃、好ましくは400～800℃の範囲内で焼成して酸化物に転換することにより製造できる。ただし、ITO粉末の製造方法はこれに限定されるものではない。

【0019】本発明で結合剤として使用する金属アルコキシドは、Si、Ti、Zr、Alのいずれかの金属の低級アルコキシドであり、1種もしくは2種以上を使用することができる。低級アルコキシドとは、炭素数1～4のアルコールから形成されたアルコキシドを意味し、具体的にはメトキシド、エトキシド、*n*-プロポキシド、*i*-プロポキシド、*n*-ブトキシド、*i*-ブトキシド、*sec*-ブトキシド、および*tert*-ブトキシドである。

【0020】金属アルコキシドの具体例としては、シリ

4

コンテトラエトキシド（慣用名エチルシリケート）、アルミニウムトリイソプロポキシド、ジルコニウムテトラブトキシド、チタニウムテトライソプロポキシド等が挙げられる。本発明で使用するのに特に適した金属アルコキシドはケイ素アルコキシドであり、特にエチルシリケートの使用が好ましい。

【0021】金属アルコキシドは、基板上に塗布されると、組成物中或いは空気中の水分により加水分解を受け、アルコールを遊離する。このアルコールを乾燥により除去すると、金属-酸素架橋結合からなる被膜を基板上に形成することができるので、金属アルコキシドは結合剤として機能する。しかも、有機樹脂に比べて、形成された被膜の硬度および耐熱性が高く、さらに焼成して完全に金属酸化物の被膜に変換することもできる。

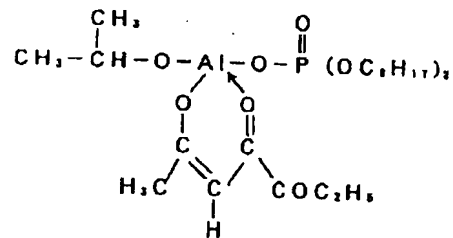
【0022】金属アルコキシドに水あるいは酸を添加して加水分解させることにより得た、その部分加水分解物も、金属アルコキシドの一部または全部に代えて使用することができる。それにより、塗工後の加水分解による造膜が促進される。従って、本発明の組成物が、加水分解促進作用のある水または酸を含有しない場合には、結合剤として金属アルコキシドの部分加水分解物を使用することが好ましい。

【0023】本発明では、ITO粉末の分散を高め、同時にITO粉末と結合剤との結合を助ける結合助剤として、リン酸基、亜リン酸基またはそれらのエステル基を有する金属系カップリング剤を使用する。なお、リン酸基とはピロリン酸などの縮合リン酸基をも含む意味である。本発明で使用するのに適した金属系カップリング剤は、これらの基を含有するアルミニウム系またはチタネート系カップリング剤であり、1種もしくは2種以上を使用できる。その具体例を次に示す。

【0024】①アルミニウム系カップリング剤

【0025】

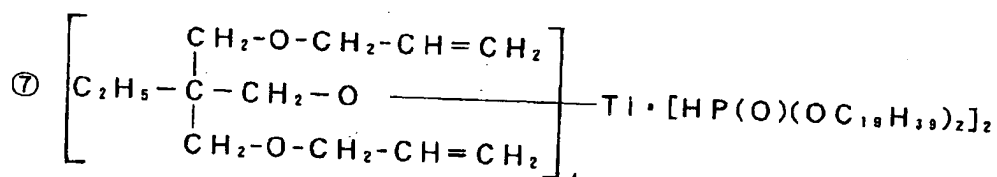
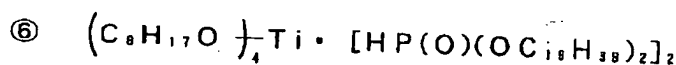
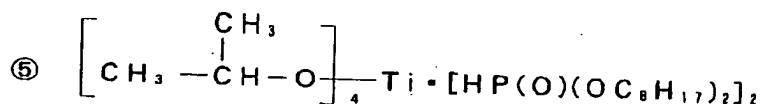
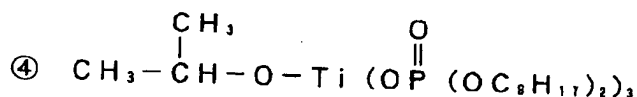
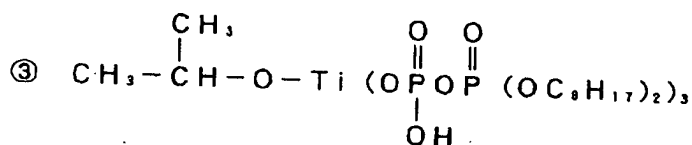
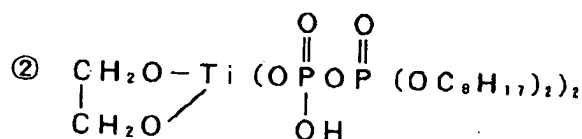
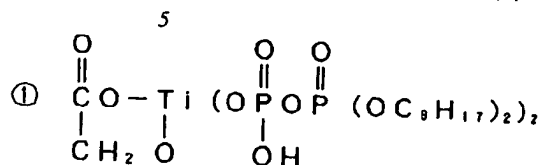
【化1】



【0026】②チタン系カップリング剤

【0027】

【化2】



【0028】この金属系カップリング剤も塗布後に加水分解を受け、結合剤の金属アルコキシドと一緒に成膜に関与する。従って、得られた膜は、金属アルコキシドと金属系カップリング剤の両者の加水分解物が相互に結合した、1種の共重合構造のものとなる。

【0029】ITO粉末の分散媒中に、結合剤の金属アルコキシドに加えて、結合助剤として(亜)リン酸基またはそのエステル基を有する金属系カップリング剤を添加したことによって、ITO粉末が適度に分散され、ITO粉末間に鎖状のネットワーク構造が形成される。そのため、粉末の分散状態が安定し、塗布後の乾燥、焼成中も、ITO粉末の凝集が避けられ、膜中にITO粉末が均一に分布し、ひび割れや剥離のない透明性に優れた膜が形成される。しかも、結合助剤中に(亜)リン酸基またはそのエステル基が存在すると、結合助剤を添加しなかった場合、或いは慣用のシランカップリング剤

(例、アミノ基、ビニル基、グリシドキシ基などの官能

基を有するシランカップリング剤)を添加した場合に比べて、得られる膜の導電性が著しく高まることが判明した。

【0030】ITO粉末、結合剤および結合助剤を混合する溶媒(ITO粉末にとっては分散媒)としては、水またはアルコールを用いることが好ましい。アルコールとしては、メタノール、エタノール、n-プロパノール、iso-プロパノール、ブタノール、ヘキサノール、シクロヘキサノールなどの1種または2種以上を用いることができる。アルコールと水との混合溶媒も使用できる。好ましい溶媒は、アルコールと少量(アルコールに対して20 vol%以下)の水との混合溶媒である。

【0031】本発明の透明導電膜形成用組成物の組成は、ITO粉末 100重量部に対して、金属アルコキシドが酸化物として1~200重量部、好ましくは2~100重量部、金属系カップリング剤が酸化物として0.01~100重量部、好ましくは0.1~10重量部、溶媒が100~1000

重量部の範囲内とするのがよい。この範囲外の組成では、高い透明性と導電性を併せ持つ透明導電膜を得ることが困難となる。

【0032】本発明の透明導電膜形成用組成物は、上記の必須成分以外に、さらに、結合剤の金属アルコキシドの加水分解を促進するために、金属アルコキシド100重量部に対して10重量部以下の酸を添加してもよい。特に、金属酸化物が部分加水分解物ではない場合には、酸を添加することが好ましい。酸としては、塩酸、硝酸、リン酸などの無機酸と、酢酸、ギ酸、シュウ酸などのカルボン酸類、スルホン酸類などの有機酸のいずれも使用できる。

【0033】本発明の導電膜形成用組成物は、必要に応じて、さらに別の任意添加剤を含有することもできる。そのような添加剤の例には、増粘剤（例えば、ヒドロキシプロピルセルロース）、塗布助剤（各種の界面活性剤）などがある。これらの添加剤は、いずれも、得られる透明導電膜の透明性、導電性、硬度その他の特性を著しく阻害しない範囲の量で添加する。

【0034】本発明の透明導電膜形成用組成物は、常法により、ITO粉末、結合剤、結合助剤その他添加剤、溶媒を混合し、液中にITO粉末を均一に分散させることにより調製できる。粉末の分散には、ペイントシェーカー、ボールミル、セントリミル、サンドグラインドミル、ホモジナイザー等の慣用装置を利用できる。

【0035】例えば、上記装置のいずれかを用いて、ITO粉末をまず分散媒（溶媒）のアルコール中に分散させ、表面をアルコールで十分に濡らした後、残りの成分を加えてさらに混合を続けることにより本発明の組成物を調製することができる。

【0036】透明導電膜形成用組成物の塗布は、ロールコーター、スピンコーター、浸漬、スプレーなどの慣用の塗布手段のいずれによって行ってもよい。また、回路や電極のようにパターンを形成する場合には、スクリーン印刷などの印刷手法により本発明の組成物を基板に適用することもできる。基板材料には制限はないが、通常は、ガラス、プラスチックなどの透明材料である。

【0037】塗布または印刷後、好ましくは加熱して乾燥を行うと、結合剤の金属アルコキシドおよび結合助剤の金属系カップリング剤が加水分解し、ITO粉末がこれらの結合剤および結合助剤の加水分解物で結合される透明導電膜が得られる。乾燥温度は、使用した溶媒の種類や基板の耐熱性に応じて適当に決定すればよいが、例えば、常温ないし200℃までの温度が適当である。

【0038】乾燥後に得られた本発明の透明導電膜は、表面抵抗値が $1 \times 10^5 \Omega/\square$ 以下という特性を示す。また、光透過率90%のガラス基板上に膜厚0.5 μm で形成した場合で、得られた膜の光透過率は87%以上である。これに対し、結合助剤を添加しないか、結合助剤がシラ

ンカップリング剤である場合には、膜の表面抵抗値は $1 \times 10^6 \Omega/\square$ 以上となる。即ち、本発明により、透明導電膜の光透過率を低下させずに、導電性を著しく高めることができる。

【0039】基板がガラスのように耐熱性が高い材料である場合には、乾燥後に得られた透明導電膜をさらに大気中または不活性ガス中で焼成してもよい。この焼成により膜中に残留する有機分が除去され、膜が緻密化し、膜の導電性がさらに向上して、表面抵抗値を $1 \times 10^4 \Omega/\square$ 以下とすることができる。焼成条件は、この目的が達成されるように選択すればよいが、例えば、200~900℃で20分~10時間程度が適当である。焼成温度が350℃以上であることが一層好ましい。

【0040】

【実施例】以下に実施例を示すが、これらは本発明を限定するものではない。

【0041】ITO粉末の調製

In金属 300 gを含有する InCl_3 水溶液900 mLと55wt% Sn Cl_4 水溶液 130 gとを混合した後、液温50℃で重炭酸アンモニウム水溶液（1800 g/6 L）と反応させ、InとSnの水酸化物を共沈させた $[\text{Sn}/(\text{Sn}+\text{In})]$ の原子比は1/10。沈殿物をイオン交換水により傾斜洗浄し、濾別乾燥後、650℃で3時間焼成した後、ITO粉末を得た。この粉末の比表面積はBET法による測定で30 m^2/g （平均一次粒子径0.03 μm に相当）、50 kg/cm^2 圧粉体での比抵抗値は25 $\Omega \cdot \text{cm}$ であった。

【0042】以下の実施例および比較例においては、上記のITO粉末を用いて透明導電膜を形成した。また、膜の光透過率は日本分光（株）製 UBEST55型分光光度計で、表面抵抗値は三菱油化（株）製ローレスタAP MCP-T 400 でそれぞれ調べた。

【0043】（実施例1）ITO粉末10 gをペイントシェイカー（ガラスビーズ25 g）を用いて振盪することによりエチルアルコール20 g中に60分間分散させた。得られた分散液に、エチルシリケート1.8 g、ビス（ジオクチルパイロホスフェート）オキシアセテ

【0044】トチタネード（

【化2】の④の化合物）0.2 g、12N塩酸0.02 g、水2 gを加え、さらに30分間振盪した後、ビーズを除去して、透明導電膜形成用組成物を調製した。

【0045】この透明導電膜形成用組成物をバーコーターを用いて、光透過率90%のガラス板上に乾燥膜厚が0.5 μm 厚になるように塗布し、100℃で2時間乾燥して、透明導電膜を形成した。得られた透明導電膜は目視で観察してひび割れや剥離がなかった。膜特性は、光透過率が89%、表面抵抗値は $4.2 \times 10^4 \Omega/\square$ であった。

【0046】（実施例2）実施例2で得た透明導電膜を、さらに大気中にて400℃で30分間焼成した。焼成後の膜にもひび割れや剥離は認められなかった。焼成後の膜特性は、光透過率が89%で変化せず、表面抵抗値は $1.8 \times$

$10^3 \Omega/\square$ に低下した。即ち、焼成により導電性がさらに向上した。

【0047】(実施例3)結合剤をチタニウムイソプロポキシド2.5 g、結合助剤をイソプロポキシジオ

【0048】クチルホスフェートアルミニウムエチルアセトアセテート(

【化1】の化合物)0.001 gに変えた以外は、実施例1と同様にして透明導電膜形成用組成物および透明導電膜を形成した。膜特性は、光透過率が87%、表面抵抗値が $5.7 \times 10^4 \Omega/\square$ であった。

【0049】(実施例4)結合剤としてエチルシリケート1.2 gとジルコニウムn-ブトキシド0.6 gとの混合物を、結合助剤としてテトライソプロピル(ジオクチルホスファイト)チ

【0050】タネート(

【化2】の⑤の化合物)10 gを使用した以外は、実施例1と同様にして透明導電膜形成用組成物および透明導電膜を形成した。膜特性は、光透過率が87%、表面抵抗値が $6.2 \times 10^4 \Omega/\square$ であった。

【0051】(比較例1)結合助剤のビス(ジオクチルパイロホスフェート)オキシアセテートチタネートを加えなかった以外は実施例1と同様にして、透明導電膜形成用組成物および透明導電膜を形成した。膜特性は、光透過率が86%、表面抵抗値は $2.6 \times 10^7 \Omega/\square$ であった。

【0052】(比較例2)比較例1で得られた透明導電膜を、さらに400℃で30分間焼成した後、透明導電膜特性を調べた。その結果、光透過率が87%、表面抵抗値が $8.3 \times 10^5 \Omega/\square$ であった。

【0053】(比較例3)結合助剤のイソプロポキシジオクチルホスフェートアルミニウムエチルアセトアセテートを加えなかった以外は実施例3と同様にして透明導電膜形成用組成物および透明導電膜を形成した。膜特性

は、光透過率が86%、表面抵抗値は $3.3 \times 10^7 \Omega/\square$ であった。

【0054】(比較例4)結合助剤のテトライソプロピル(ジオクチルホスファイト)チタネートを加えなかった以外は実施例4と同様にして透明導電膜形成用組成物および透明導電膜を形成した。膜特性は、光透過率が84%、表面抵抗値は $1.1 \times 10^8 \Omega/\square$ であった。

【0055】(比較例5)結合助剤をイソプロピルトリイソステアロイルチタネート0.2 gに変えた以外は、実施例1と同様にして透明導電膜形成用組成物および透明導電膜を形成した。膜特性は、光透過率が89%、表面抵抗値が $8.7 \times 10^6 \Omega/\square$ であった。

【0056】(比較例6)結合剤としてエチルシリケート1.2 gとジルコニウムn-ブトキシド0.6 gとの混合物を、結合助剤としてN-β(アミノエチル)γ-アミノプロピルトリエトキシシラン10 gを使用した以外は、実施例1と同様にして透明導電膜形成用組成物および透明導電膜を形成した。膜特性は光透過率が87%、表面抵抗値は $1.2 \times 10^6 \Omega/\square$ であった。

【0057】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明の透明導電膜形成用組成物から塗工法により形成された透明導電膜は、高い光透過率を保持したまま、表面抵抗値が乾燥したままで $1 \times 10^5 \Omega/\square$ 以下、乾燥後に焼成を行うと $1 \times 10^4 \Omega/\square$ 以下という、著しく改善された導電性(低抵抗)を示す。即ち、導電性と透明性を両立させることができる。従って、本発明により形成された透明導電膜は、高導電性と優れた透明性を併せ持つ高性能の帯電防止材として有用であり、特に焼成により一層低抵抗化した透明導電膜は回路や電極といった用途にも使用できる。